

45. 60-192729, Oct. 1, 1985, PRODUCTION OF CONCENTRATED COLOR FELLET FOR
SYNTHETIC RESIN; TCHIROU SHIBAUCHI, et al., CO8J 3*20; CO8K 9*10

60-192729

ABSTRACT:

PURPOSE: To prevent a **dye** from bleeding and to make it possible to color a synthetic resin uniformly without nonuniformity, by incorporating the **dye** in **cyclodextrin** to form a clathrate compound, drying and grinding

60-192729

it and melt-mixing the powder with a synthetic resin material and pelletizing the melt.

L9: 45 of 49

CONSTITUTION: **cyclodextrin** or **cyclodextrin** containing hydrolyzed starch is added to a **dye**, and the mixture is fully kneaded, whereupon the **dye** enters the cavities within a **cyclodextrin** molecule to form a clathrate compound. The paste after the formation of this clathrate compound is dried and ground by means of a vacuum drier or a spray drier. This powder is melt-mixed with a synthetic resin material (e.g., PE, PP, or PVC) and pelletized to produce the titled pellets. By converting the **dye** into the clathrate compound, it is prevented from fading and bleeding. When the concentrated color pellets are mixed with a synthetic resin material, they contain the resin material uniformly without color nonuniformity even in a small amount, and give a synthetic resin material having an extremely clear clathrate, a function of branched shiny and sharp

② 公開特許公報 (A) 昭60-192729

③ Int.Cl. ¹	機械記号	序内登録番号	④ 公開 昭和60年(1985)10月1日
C 08 J 3/20 3/12 C 11 K 9/10	CES CES CAC	C-7248-4F 7248-4F 6681-4J	審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

⑤ 発明の名称 合成樹脂用着色ペレットの製造方法

⑥ 特許 昭53-47089

⑦ 出願 昭59(1984)3月14日

⑧ 発明者 矢内一郎 東京都港区赤坂6-10-6-312

⑨ 発明者 中村憲司 大阪市東淀川区西淡路6丁目3番7号

⑩ 出願人 矢内一郎 東京都港区赤坂6-10-6-312

⑪ 出願人 中村憲司 大阪市東淀川区西淡路6丁目3番7号

⑫ 代理人 弁理士 今野耕哉

特許出願

1 発明の名称

合成樹脂用着色ペレットの製造方法

本発明の範囲

本件は、サイクロデキストリン又はサイクロデキストリノを含むする蛋白分解物によって包被化合物化するとともに、これを乾燥固定し、さらにこの固定化したものを合成樹脂材料と混合熔融した後、ペレット状に成形するようにしたことを特徴とする合成樹脂用着色ペレットの製造方法。

2 発明の詳細な説明

この発明は着色剤として染料を使用してブリード (bleed) が生じず、しかも分散性がよく均一な着色が簡単にできるようにした合成樹脂用着色ペレットの製造方法に関するものである。

従来、ポリエチレン、ポリプロピレン、塩化ビニル等の合成樹脂の着色については、通常による着色しかできなかったのが実情である。このそのも

のを考えれば染料による着色も考えられるが、前記樹脂を染料で着色すると、染料が裏面にブリードしてきて染料がプラスチックの裏面に吹き出てしまう。そして色あせ現象（変色、退色）が生じ、また対被物に対しブリードした染料が転移し汚損せしめる等の問題があり、前記樹脂は染料では着色できないのが現状である。

そこで、この発明は染料をサイクロデキストリン又はサイクロデキストリンを含むする蛋白分解物によって包被化合物化するとともに、これを乾燥固定し、さらにこの固定化したものを合成樹脂材料と混合熔融した後、ペレット状に成形するようにし、染料をサイクロデキストリンの包被化合物化して染料のブリード及び退色を防ぐとともに、この複合着色ペレットを合成樹脂材料と混合することにより染料が合成樹脂材料に均一に分散し易いようにし、染料により合成樹脂を着色できるようにした合成樹脂用着色ペレットの製造方法を開発することを目的として開発したものである。

この発明で使用できる薬剤としてはアゾ薬剤、アントラキノン薬剤、インゴイド薬剤、インゴゾール薬剤、トリフェニルメタン薬剤、醸化薬剤、フタロシアニン薬剤、ステルベン薬剤、ニトロソ薬剤、ニトロ薬剤、チアゾール薬剤、チアンテン薬剤、アクリジン薬剤、アジン薬剤、オキテジン薬剤、チアジン薬剤、シアニン薬剤、ジフェニルメタン薬剤、トリアリールメタン薬剤、チセン薬剤、キノリン薬剤、メチン薬剤、ポリメチレン薬剤、インダミン薬剤、インドフォノーム薬剤、アセノケトン薬剤、オキシケトン薬剤等が使用できる。

次に、この発明において用いられるサイクロデキストリンはD-グルコース分子がヨーー、4結合によって環状に結合した特徴的なデキストリンであり、その構造とする構造はドーナツ状の分子構造を有しその内部に直径6~10Åの空間を有することである。サイクロデキストリンにはD-グルコースの構成単位の数によりα型、β型、γ型の3種が存在するが、本発明には、そのいずれもが

使用可能である。3種のうちβ-サイクロデキストリンについて説明すると、白色の結晶性粉末であって、分子式(C₆H₁₀O₅)_nで示され、分子量1135、融点300~305℃(分解)である。

本発明においてサイクロデキストリンに代えて用いられる、サイクロデキストリンを含有する複雑分離物は種々の方法で得られるが、そのようなものとしては、たとえばバチルス属に関する微生物の生産するサイクロデキストリン生成酵素を酵母に作用させてサイクロデキストリンを製造する際に、その中間生成物として得られるものをあげることができる。その製造方法を更に具体的に説明すれば次の通りである。

まず菌懸液をPH1.0に調整し、均質に細化して冷却後、バチルス属No.13菌、バチルス属No.17-1菌、バチルス属No.38-2菌、バチルス属No.135菌及びバチルス属No.169菌から選ばれた微生物の発酵生産物であり、アルカリ側に最高PHを有し、且つ酸度安定性の高いサイクロデキ

ストリン・グリコシルトランスフェラーゼ(Cyclodextrin glycosyltransferase)を加えて反応させる。反応液を加熱して酵素を失活させた後、冷却し、PH5.0に調整する。この反応液、冷蔵のグルタミラーゼを添加して未反応物を分解する。又に常法にて精過を行ない、サイクロデキストリンとして35~40%以上含まれるように該反応液を濃縮し、この濃縮液に少量のサイクロデキストリンを種として添加し、放置すると、サイクロデキストリンが析出、沈殿する。これを分離し、¹³C-NMR等によりサイクロデキストリンが得られるのであるが、その際の計数が目的とするサイクロデキストリンを含有する複雑分離物である(特公明52-43897号公報参照)。

尚、前述バチルス属No.13菌、バチルス属No.17-1菌、バチルス属No.38-2菌、バチルス属No.135菌及びバチルス属No.169菌はいずれも工業技術院微生物工業技術研究所に寄託されており、その微生物受託番号は、それぞれ微生物寄託第6111号、同第6124号、同第6144号、同第6177号

及び同第618号である。

また、前記が種をイオン交換樹脂で再精製した後収穫したものがサイクロデキストリンを含有する水あがとして出版されているので、本発明にはこの水あがを用いてもよい。

さらに、本発明に用いるサイクロデキストリンを含有する複雑分離物は上記の方法によって得られるものに限定されるものではなく、α、β、γ、の各サイクロデキストリン若しくはそれらの配合物を含有する複雑分離物であればどのような方法によって得られたものでもよい。

薬剤とサイクロデキストリンを組合せるには種々の方法があるが、例えは混練法があげられる。すなはち、サイクロデキストリンに水又は油類(サイクロデキストリンに対して約0.1~6重量%)を加えてベースト状若しくは懸濁液にする。つぎに、これにサイクロデキストリンに対して約0.1~3重量%の薬剤を加えてホールミル、ディスパーム等で十分に混練する。混練する時間は30分~1~2時間であり、好み若しくは1~3

時間である。このように原料にローサイクロデキストリンを添加し、十分に混練すると、原料はサイクロデキストリンの分子内部の空間に入り込み、化学結合化する。つぎに、包被化が終了したペーストを真空乾燥機又は噴霧乾燥機で乾燥化する。包被及び結合化の工程は60℃以下で行うのが好ましい。

また、本発明で用いられる合成樹脂としてはポリエチレン、ポリプロピレン、塩化ビニル樹脂、エチレン-酢酸ビニル共重合体等が一般的であるが、これらに限られるものではない。

次にこの発明にかかる合成樹脂用着色ペレットの製造方法の実施例について説明する。

実施例1

アントラキノン染料15重量部にローサイクロデキストリン8.5重量部を加え、50℃の保溫下で1時間攪拌混合作して得た染料のサイクロデキストリン包被化合物を真空乾燥機又は噴霧乾燥機を用いて60℃での乾燥温度で150メッシュより細かい粉末とした。この粉末50重量部と軟質樹化

ビレンコンパウンド40重量部とを混合熔融した。そしてこれをアンダーウォーターカット法によりペレット状に成形した。

実施例2

トリニティ染料2.0重量部-ローサイクロデキストリン8.0重量部を加え、50℃の保溫下で1時間に一回合して得た染料のサイクロデキストリン包被化合物を真空乾燥機又は噴霧乾燥機を用いて60℃の乾燥温度で150メッシュより細かい粉末とした。この粉末50重量部とエチレン-酢酸ビニル共重合体コンパウンド50重量部とを混合熔融した。そしてこれをシートカット法によりペレット状に成形した。

そしてこのように製造した合成樹脂用着色ペレットは、この着色ペレットを合成樹脂材料に1~10%配合して使用するのである。配合量は色の調子によって適当に調整すればよく、しかも単に配合するだけでよいので使用方法は簡単である。そして通常の成形方法、射出成形、プロセス成形、押出し成形、フィルム成形等により

ビニルコンパウンド50重量部とを混合熔融した。そしてこれをコールドカット法によりペレット状に成形した。

実施例3

アジ染料1.5重量部にローサイクロデキストリン8.5重量部を加え、50℃の保溫下で1時間攪拌混合作して得た染料のサイクロデキストリン包被化合物を真空乾燥機又は噴霧乾燥機を用いて60℃での乾燥温度で150メッシュより細かい粉末とした。この粉末40重量部とポリエチレンコンパウンド80重量部とを混合熔融した。そしてこれをカットカット法によりペレット状に成形した。

実施例4

フタロシアニン染料1.0重量部にローサイクロデキストリン9.0重量部を加え、50℃の保溫下で1時間攪拌混合作して得た染料のサイクロデキストリン包被化合物を真空乾燥機又は噴霧乾燥機を用いて60℃での乾燥温度で150メッシュより細かい粉末とした。この粉末50重量部とポリプロ

ピレンの成形品を製造すれば、均一に着色された成形品ができるのである。着色着色ペレットにしておくと、合成樹脂材料に染料を直接混合するのに比べ、ブリードがなく退色しないのは勿論のこと、染料の分散性が良くなるので染料の使用量が直接混合する場合の20~30%の量で済み経済的であるとともに、混合が簡単でありながら均一な着色が可能となるのである。

以上述べたようにこの発明にかかる合成樹脂用着色ペレットの製造方法によれば、染料をサイクロデキストリンの包被化合物化することにより退色及びブリードを防止でき、この着色着色ペレットを合成樹脂材料と混合して使用すれば染料の分散性がよくなりるので着色時少量で色むらがなく均一な着色ができる。しかも合成樹脂に対し染料での着色ができるので色合いが極めて豊かとなり個別着色では出し得ない色調が出せ、そして透明感を有し艶みのある合成樹脂製品ができるなどその効果はきわめて大である。